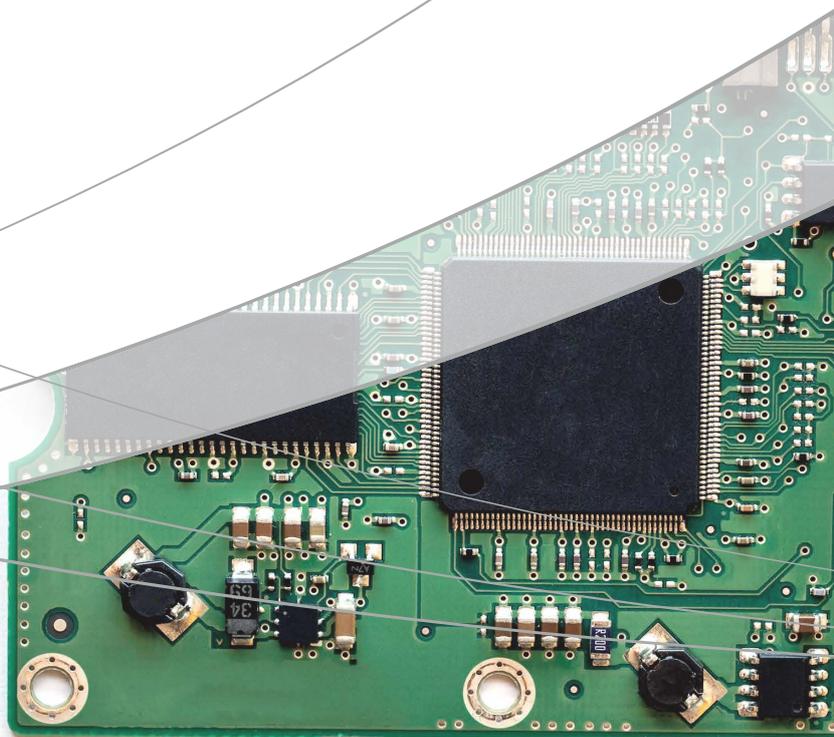


Solutions for Contaminant Analysis

異物分析ソリューション



異物分析、不良解析をトータルサポート

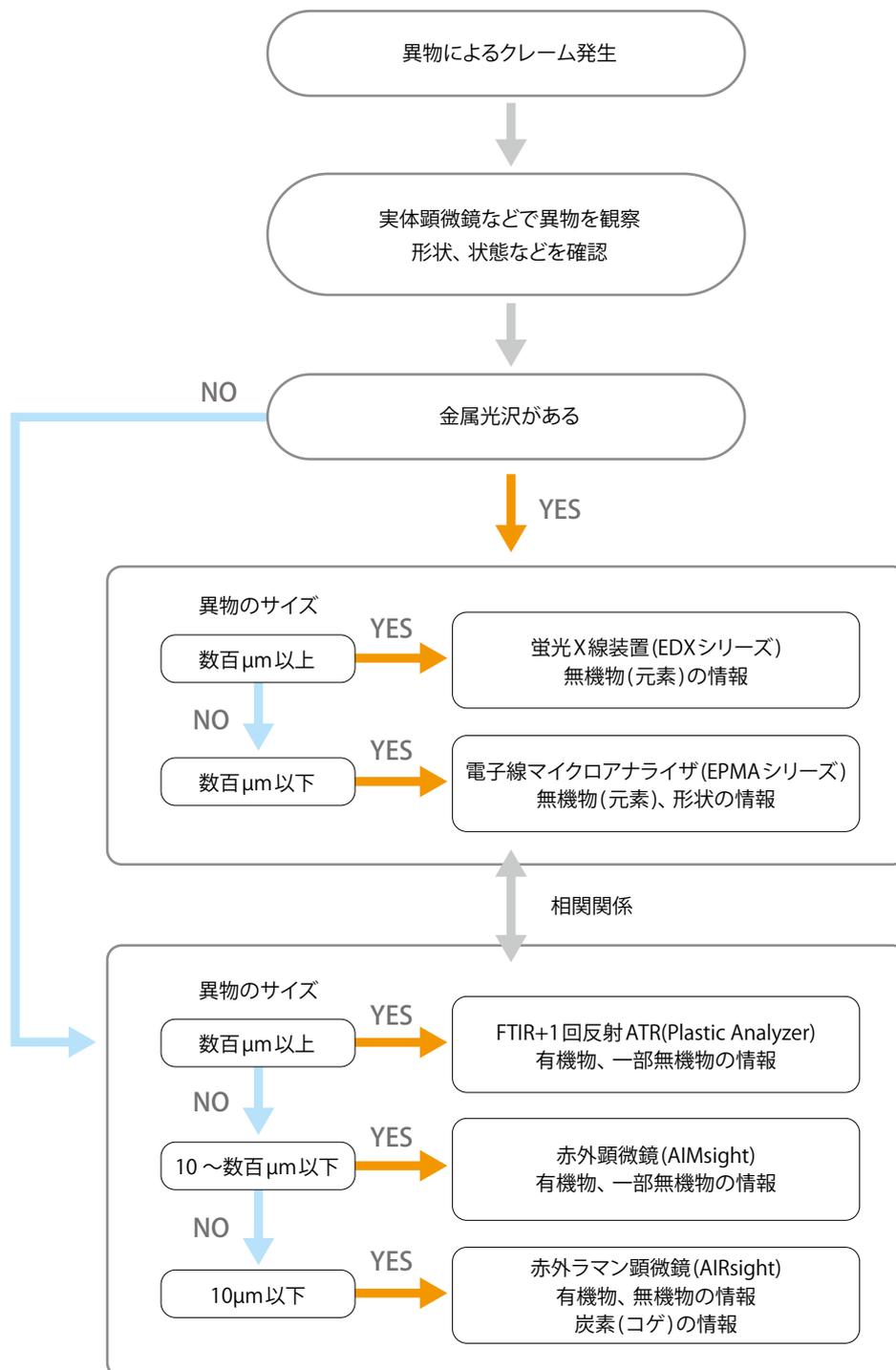
製品中に混入した異物はあらゆる分野でさまざまな問題を引き起こしています。

問題を解決するためには、異物を分析して発生源を特定する作業が必要となります。

島津製作所は異物分析、不良解析を強力にサポートします。

■ 異物分析のフローチャート

異物分析には種々の方法がありますが、異物の形状や大きさによって最適な分析手法を選択する必要があります。異物の確認から分析方法の決定までをフローチャートにまとめました。このフローチャートにしたがって最適な分析手法を選択してください。



エネルギー分散型蛍光X線分析装置 (EDX)

物質にX線を照射すると物質に含まれている各元素から特有のX線(蛍光X線)が発生し、その蛍光X線のエネルギーから元素の種類を、X線強度から濃度を求めることができます。EDXは、固体、液体、粉体など様々な形態の試料を化学的な前処理なしで分析が可能のため、試料の保存が重要な異物分析に最適な装置です。

EDX-7200 / 8100

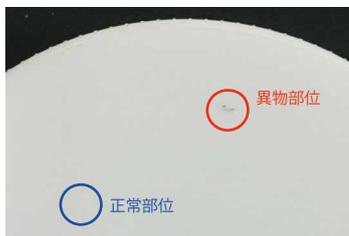
液体窒素レスの高性能半導体検出器を搭載し、微小・微量試料の分析に有効なコリメータや試料観察カメラ、軽元素の高感度分析に有効な真空雰囲気測定(オプション)やヘリウム置換測定にも対応する島津EDXシリーズのフラッグシップモデルです。



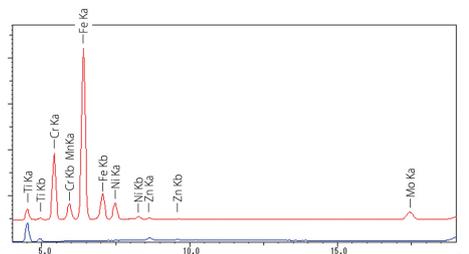
EDX-7200 / 8100

樹脂成型品に付着した微小金属異物の分析例

EDXは非破壊で元素分析が可能ことから、食品、医薬品、製品に付着または混入した異物の解析に有効です。試料観察カメラとコリメータを使用することにより、微小異物の特定も容易です。照射径を試料に合わせて絞ることで、周辺材料の影響を低減することができます。その結果、正確な定量マッチングにより、下の例ではSUS316と材質特定できます。



試料外観



異物部位(赤)と正常部位(青)のプロファイル重ね合せ

定量分析結果	
分析対象	分析結果
Fe	67.763 %
Cr	17.385 %
Ni	10.491 %
Mo	2.454 %
Mn	1.907 %

FP法による異物の定量分析結果

異物以外の周辺材質から検出される成分のチタン(Ti)と亜鉛(Zn)は、定量計算から除外します。

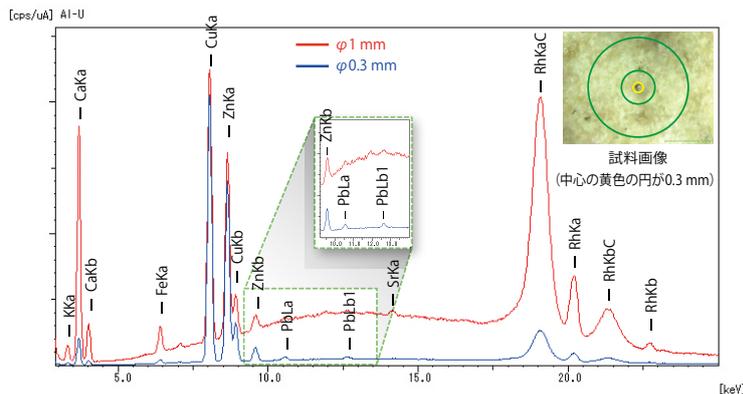
候補試料名	相違度
SUS_316	0.78218
SUS_316N	0.78218
SUS_316LN	1.06785
SUS_321	1.09555
SUS_347	1.14720
SUS_305	1.15663
SUS_304L	1.18801
SUS_304LN	1.40250
SUS_304N2	1.41150
SUS_316L	1.42858

マッチング結果

(内蔵ライブラリと照合の結果、SUS316と特定)

菓子に付着させた微小金属粉(約φ0.1 mm)

市販の菓子に約φ0.1 mmの微小金属粉を付着させ、照射径1 mm、0.3 mmそれぞれで分析しました。照射径1 mmでは、金属粉周辺(菓子)からの散乱線の影響で全体的にバックグラウンドが大きく上がりS/Nが悪くなっていますが、照射径0.3 mmでは周辺からの散乱線の影響が少なく、S/Nの良いプロファイルが得られています。いずれも主成分として銅(Cu)と亜鉛(Zn)が検出されており、この金属粉が黄銅(真鍮)であることは照射径にかかわらず判定可能ですが、照射径0.3 mmではさらに鉛(Pb)のピークが同定されており、この金属粉が快削黄銅であることが示唆されます。このように、有機物など散乱線が強く発生する材質の上に存在する微小試料であっても、照射径0.3 mmを使用することによって、より高精度な分析が可能となります。



フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR)

物質はそれぞれ固有の赤外スペクトルを持っていることから、FTIRで測定した異物の赤外スペクトルをライブラリデータと比較することで異物の同定や定性が行えます。測定時間は数秒から数分です。主に有機物の分析に威力を発揮します。

FTIR+1回反射ATR装置

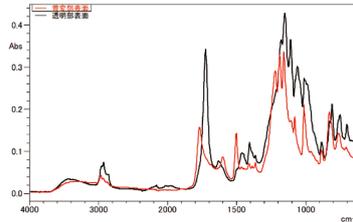
1回反射ATR装置を用いると、前処理がほとんど必要ありません。直径約1.5 mmのプリズムに対象物を密着させるだけで測定できます。粉状、フィルム状、バルク状、液体状、表面付着物などの様々な状態の試料を直接測定が可能です。



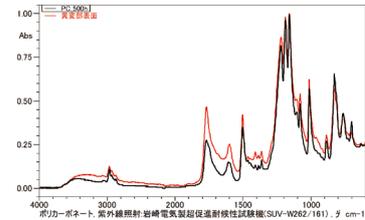
Plastic Analyzer(FTIR本体はIRSpirit)

劣化した自動車ヘッドライトカバーの分析例

黄色に変色した自動車ヘッドライトカバーをPlastic Analyzerシステムで分析しました。黄変部位置はカバー中央付近であり、屋外に露出される部分です。黄変部と透明部のスペクトルを比較すると、透明部は黄変部+aであると推測されます。黄変部について、Plastic Analyzerに標準装備されている紫外線劣化プラスチックライブラリを用いて検索した結果、劣化したポリカーボネート(PC)であることがわかりました。なお、PCは機械的強度が強く、割れた際に粉々になり難い性質のため、ヘッドライトカバーに多用される反面、紫外線に弱いことが知られています。



ヘッドライトカバーの赤外スペクトル
(黒線：透明部、赤線：黄変部)



黄変部のライブラリ検索結果

赤外顕微鏡AIMSight

試料サイズ約10 μmまでの測定が可能です。試料の状態に合わせて透過法、正反射法、ATR法などの測定が可能です。赤外顕微鏡AIMSightには広視野カメラ(最大視野10×13 mm)や異物を自動で認識する「異物自動認識プログラム」、取得したデータの良否判断をサポートする「分析アドバイザー機能」など、異物分析をサポートする様々な機能が標準装備されています。



IRXross+AIMSight

ボタン電池表面に付着した異物の分析例

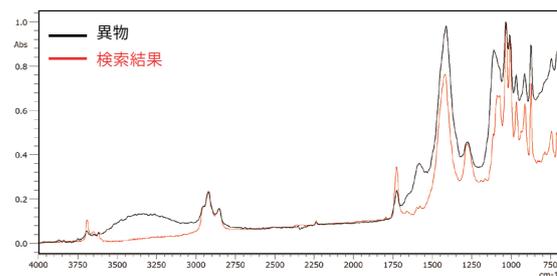
ボタン電池表面に付着した異物の分析事例です。広視野カメラを用いることで、部品全体の観察から測定箇所の決定まで、スムーズに行うことができます。ここでは、直接ATR法で分析を行いました。得られたデータを島津オリジナル異物ライブラリを用いて検索した結果、異物は主成分がアクリロニトリルブタジエンゴム(NBR)であり、添加剤としてCaCO₃、珪酸アルミニウム(KAOLIN)、フタル酸エステルが含まれていることがわかりました。



広視野カメラ画像



顕微カメラ画像



ボタン電池表面に付着した異物のATRスペクトルと
検索でヒットした成分の重ね書き

ラマン分光光度計

赤外スペクトルと同様、ラマンスペクトルも物質固有なことからライブラリデータと比較することで異物の同定、定性が行えます。前処理はほとんど不要です。可視レーザーを用いると透明なスライドガラスや容器越しの測定も可能です。

赤外ラマン顕微鏡AIRsight

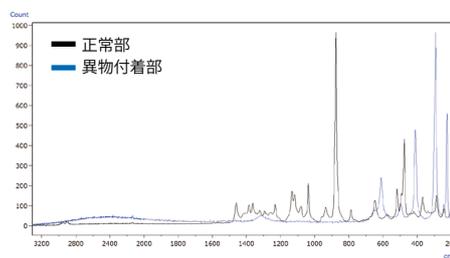
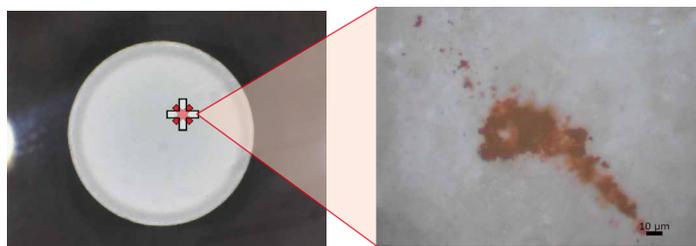
赤外ラマン顕微鏡のラマンモードを使用すると、赤外モードでは測定が困難な10 μm以下の微小異物の分析が可能となります。さらに、赤外モードでは定性が困難な無機物の定性も、ラマンモードを使用することで可能となります(無機物が金属の場合には、前述したEDXや以下に示すEMPAが効果的です)。



IRTracer-100+AIRsight

医薬品錠剤表面に付着した赤褐色異物の分析例

錠剤表面に付着した異物は赤褐色で錠剤表面上に100 μm程度の範囲で点在していました。はじめにIRモードにて、顕微ATR測定により正常部と異物付着部の分析を行いました。付着部から有益なピークを得ることができませんでした。そこでRamanモードに切り替え、赤外分析同様に正常部と異物付着部を分析し、付着部から異物成分と思われるピークを検出することができました。スペクトル検索した結果、付着した異物は酸化鉄であることがわかりました。



医薬品錠剤表面に付着した異物と
医薬品正常部のラマンスペクトル重ね書き

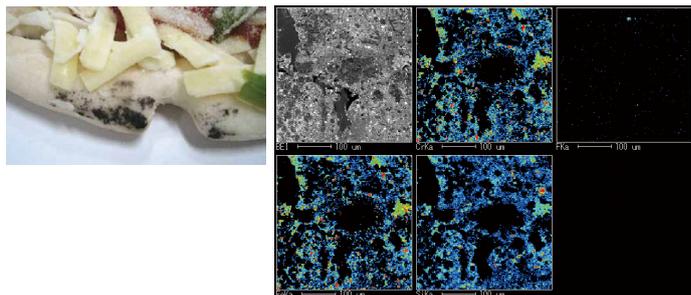
電子線マイクロアナライザ

物質に電子線を照射することによりμmオーダーの微小異物の高倍率形状観察と元素分析が可能です。特に分析においては微小領域から広領域まで高感度・高精度の分析が可能です。

EPMA-1720シリーズ / 8050G

冷凍ピザに付着した異物の分析例

冷凍ピザに付着した黒色異物について、サンプリング後に元素マッピングを行いました。この結果、広範囲から鉄(Fe)やクロム(Cr)が検出され、局所的にフッ素(F)も検出されました。FTIRでの分析ではデンプンや亜麻仁油、フッ素樹脂、EDXでの分析ではFe、Crに加えてニッケル(Ni)も検出されました。製造現場での検証は不可欠ですが、黒色異物は、植物油が焦げたものに、調理器具・製造機械由来のフッ素化合物やSUS粉末が混ざったものと推測されます。



EPMA-1720シリーズ



EPMA-8050G

EDX-FTIR統合解析ソフトウェア EDXIR-Analysis(オプション)



EDX-FTIR統合解析ソフトウェア(EDXIR-Analysis)は蛍光X線分析装置(EDX)およびフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)で取得したデータを用い、定性分析するための専用ソフトウェアです。本ソフトウェアでは、有機物の同定・定性に優れたFTIRと、金属や無機化合物などの含有元素分析に優れたEDXのデータを統合的に解析し、同定結果および一致度を求めます。また、EDXもしくはFTIR単独の解析も可能です。解析に使用するライブラリは水道事業者および食品メーカーの協力を得て作成した島津オリジナルライブラリ(標準で485データ収録)で、データの追加登録や画像ファイル・PDF形式の文書ファイルの登録も可能です。各種データを電子ファイルとして紐付けて保管する場合にも有効です。



異物解析用の統合解析と確認試験用のデータ比較

「両方のデータを使って解析」をクリックしてEDX/FTIRデータを選択するだけで、自動で定性分析を行います*1。分析者任せであった手間のかかる解析を効率化し、異物分析を強力にサポートします。

統合解析結果には、ヒットリストに加えてライブラリからヒットしたEDXプロファイルおよびFTIRスペクトルを表示します。単独の解析結果を閲覧したい場合には、「単独」ボタンをクリックすることで確認できます。

またライブラリに登録されているデータと実測したデータの一貫性を計算する「データ比較」機能を使用すれば、サイレントチェンジ対策などの確認試験用途にも使用できます。

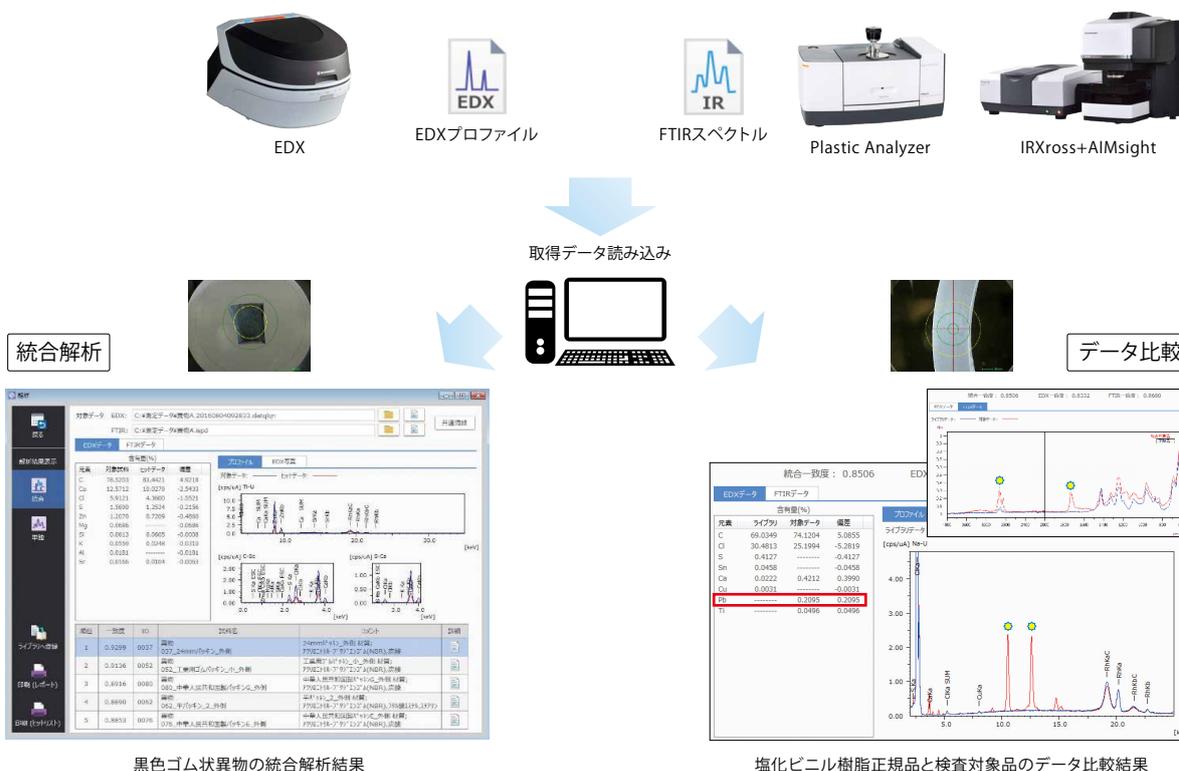
「印刷」ボタンをクリックすると、定型フォーマットでの印刷に加えてWord形式で保存することが可能です*2。

*1 EDXプロファイルを用いて無機/有機/混合物に分類。分類毎に重み付けすることによって統合解析を実施。[特許出願中]

*2 Microsoft® Wordをインストールしておく必要があります。

黒色ゴム状異物を分析して統合解析した事例と塩化ビニル樹脂(PVC)の検査対象品と正規品のデータ比較を行った事例です。統合解析の結果、黒色ゴム状異物は炭酸カルシウムとステアリン酸亜鉛を含有したNBR(アクリロニトリルブタジエンゴム)であることがわかりました。

またデータ比較の結果、PVCの検査対象品と正規品の一致度は0.8506となりました。EDXプロファイルおよびFTIRスペクトルから正規品からは検出されない鉛(Pb)とアクリルが検出されたことから、検査対象品は正規品に異なった成分が混入されていると推測されます。



データ閲覧とデータ／画像／文書ファイルの登録・編集・削除

「データ確認／編集」をクリックして既存のライブラリを選択すると、選択したライブラリに登録されているデータ／画像／文書ファイルを開覧したり、データの新規登録や編集、削除ができます。新たにライブラリを作成することも可能です。また任意のサンプルについて、EDXおよびFTIR以外の装置（クロマトグラフ、質量分析計、表面観察装置など）で取得したデータをPDF化して登録することで、EDX / FTIRデータと紐付けて保管することができます。

The screenshot displays the software's data management interface. At the top, a table lists data entries with columns for ID, Name, and checkboxes for EDX and FTIR data. Below the table, several windows are shown: 'EDXプロファイル、定量結果、EDX写真、コメント など' (EDX profile, quantitative results, EDX photos, comments, etc.), 'FTIRスペクトルとコメント' (FTIR spectrum and comments), '写真、文書ファイル、コメントなど' (Photos, document files, comments, etc.), and '文書ファイルの閲覧' (Document file viewing). A large window on the right shows a photo of a sample with the caption '登録写真の閲覧' (Viewing registered photo). At the bottom, a note states '全てのデータが紐付いて保管' (All data is stored with links).

EDX/FTIR共用

異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder (オプション)

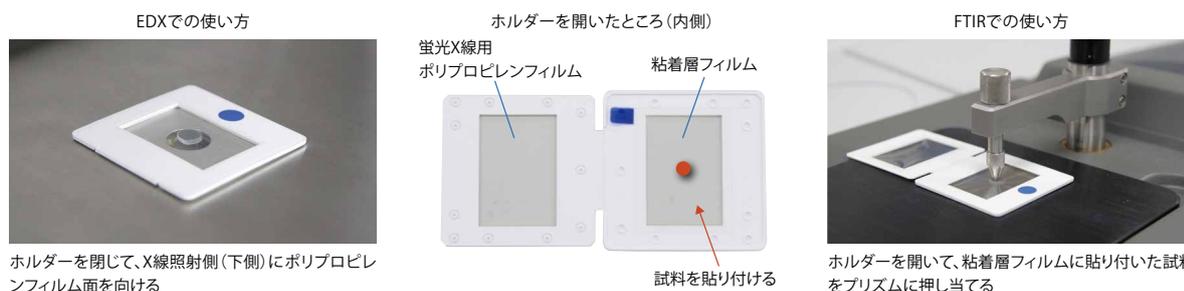
試料をホルダーに保持したままEDXとFTIRで測定できます。測定後はホルダーがそのまま試料保管容器になります。

分析作業の省力化に

試料を付着させる粘着層フィルムと蛍光X線用のポリプロピレンフィルムを配した開閉式のホルダーです。EDX測定時にはホルダーを閉じてポリプロピレンフィルムを照射側（下側）に向けてセット、FTIR測定時にはホルダーを開いて粘着層フィルムに貼り付いている試料をATRプリズムに直接押し当ててセットします。試料の載せ替えが最小限で済むため分析作業の省力化・効率化につながります。

試料の紛失防止に

測定後は容器を閉じることでそのまま試料を保管することができます。別の容器への移し替えが必要なく、試料の紛失の心配もありません。



島津が提案するサイズ毎の分析手法一覧

異物のサイズ	1 μm	10 μm	100 μm	1 mm	10 mm
有機化合物	顕微赤外ラマン分光法 AlRsight	顕微赤外分光法 AlMsight		1回反射ATR法 FTIR + 1回反射ATR	
				EDX-FTIR統合解析 EDXIR-Analysis	
無機化合物		電子プローブマイクロアナリシス法 EPMA		蛍光X線分析法 EDX	

異物の定性に効果的な島津オリジナルFTIRデータベース

LabSolutions IR用異物ライブラリ P/N 206-33179-91

水道水中や食品中の異物として実際に捕集された試料と市販水道保守部品に関する情報を収録した島津オリジナルライブラリです。蛍光X線プロファイル (PDFファイル) も収録し、対象物の定性精度を大幅にアップ。従来のライブラリとは異なった混合物ライブラリで、定性に必要な深い知識や多くの経験をカバーします。

加熱劣化プラスチックライブラリ^{※1} P/N 206-33039-91 / 紫外線劣化樹脂ライブラリ^{※2} P/N 206-31808-41

従来のライブラリとは異なり、加熱や紫外線によって酸化劣化した樹脂を収録したライブラリです。検索対象物は劣化したものも多く、そのような場合に効力を発揮するライブラリです。

※1 静岡県工業技術研究所 浜松工業技術支援センターで測定、取得したスペクトルを島津製作所でライブラリ化しました。

※2 岩崎電気株式会社製 超促進耐候性試験機を使用し、約10年間分の紫外線劣化させたプラスチックの赤外スペクトルを収録したライブラリです。

本文に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1



東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631 (大学担当) (03) 3219-5616 (会社担当) (03) 3219-5622	郡山営業所 (024) 939-3790 つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511 (会社担当) (029) 851-8515	静岡支店 (054) 285-0124 名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521 (会社担当) (052) 565-7531	四国支店 (087) 823-6623 広島支店 (082) 236-9652 九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332 (会社担当) (092) 283-3334
関西支社 (官公庁・大学担当) (06) 6373-6541 (会社担当) (06) 6373-6556	北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095 (会社担当) (048) 646-0081	京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604 (会社担当) (075) 823-1603	
札幌支店 (011) 700-6605 東北支店 (022) 221-6231	横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106 (会社担当) (045) 311-4615	神戸支店 (078) 331-9665 岡山営業所 (086) 221-2511	島津コールセンター ☎ 0120-131691 (操作・分析に関する相談窓口) IP電話等: (075) 813-1691